

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

[19]中华人民共和国专利局

[11] 公开号 CN 1110003A



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94119859.6

[51]Int.Cl<sup>6</sup>

H01J 61/30

[43]公开日 1995年10月11日

[22]申请日 94.12.7

[30]优先权

[32]93.12.10[33]EP[31]93119959.0

[71]申请人 电灯专利信托有限公司

地址 联邦德国慕尼黑

共同申请人 日本碍子株式会社

[72]发明人 R·蒂特 H·韦斯克 前井耕一朗  
土井纯一

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 罗 宏 齐曾度

H01J 5/04 H01J 9/24

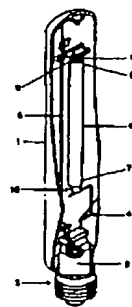
说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 具有陶瓷放电管的高压放电灯、适用于它的烧结体及生产烧结体的方法

## [57]摘要

高压放电灯(1)具有陶瓷管(6),该陶瓷管由掺杂有100—800ppm的MgO、200—1200ppm的ZrO<sub>2</sub>和10—300ppm的Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>的氧化铝制成。这样提高了陶瓷的负荷能力。



(BJ)第1456号

# 权利要求书

CPOCH 946680

1. 透光的多晶烧结体, 它适用于制造用于灯的放电管, 含有主要掺杂有氧化镁和氧化锆的氧化铝, 其特征在于所述烧结体由包含作为掺杂材料的下列成分(以重量的 ppm 表示)的氧化铝制成:

MgO      100 - 800ppm, 优选 100 - 600ppm,

ZrO<sub>2</sub>    200 - 1200ppm, 优选 200 - 800ppm,

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>    10 - 300ppm, 优选 10 - 150ppm.

2. 按照权利要求 1 烧结体, 其特征在于掺杂材料包括 150 - 280ppm 的 MgO.

3. 按照权利要求 1 烧结体, 其特征在于掺杂材料包括 300 - 600ppm 的 ZrO<sub>2</sub>.

4. 按照权利要求 1 烧结体, 其特征在于掺杂材料包括 20 - 75ppm 的 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

5. 按照上述权利要求中任一项的烧结体, 其特征在于重量比 ZrO<sub>2</sub>:Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 大约为 5:1 至 20:1.

6. 具有陶瓷放电管 (6) 的高压放电灯, 所说的放电灯具有临近放电管两端 (7, 8) 的电极和包括至少一种可蒸汽化的金属和一种惰性基本气体的填充物, 所说的放电管为根据上述任一权利要求的掺杂有氧化镁、氧化锆和氧化钇的透光多晶氧化铝陶瓷的烧结体.

7. 按照权利要求 6 的灯, 其特征在于所说的放电管 (6) 由一透明的外层泡壳 (1) 包围.

8. 按照权利要求 6 的灯, 其特征在于所说的放电管包括至少一

种惰性气体作为基本气体和至少有钠作为可蒸汽化的金属。

9. 制造按照权利要求 1 或 6 的透光多晶烧结体的方法, 其特征在于向氧化铝粉末中混入下列添加剂而形成大致均匀的分散体:

a) 重量占 100 - 800ppm 的  $\text{MgO}$  或其等当量的前体;

b) 重量占 200 - 1200ppm 的  $\text{ZrO}_2$  或其等当量的前体;

c) 重量占 10 - 300ppm 的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  或其等当量的前体;

——由这种分散体制成绿色体并进行预烧; 和

——最后在高于  $1700^\circ\text{C}$  的温度下在氢气气氛中和/或在真空中进行绿色体的烧结。

10. 按照权利要求 9 的方法, 其特征在于以化合物形式加入氧化钇和氧化锆, 特别是以部分稳定的氧化锆 (PSZ) 形式加入。

## 具有陶瓷放电管的高压放电灯、 适用于它的烧结体及生产烧结体的方法

本发明涉及适用于制造放电管的烧结体及制造该烧结体的方法。本发明还涉及具有这种陶瓷放电管的高压放电灯,更具体地说是高压钠灯,以及金属卤化物灯。

德国专利申请 3201750 披露了一种用氧化铝制造透光的烧结体的方法,在氧化铝中加入了重量比为 0.02% 至 0.5% 的烧结助剂氧化镁以控制晶粒的生长。通过再加入重量比 0.005% 至 0.1% 的氧化锆、氧化钪或氧化铈可得到高的机械强度和高的透明度。

德国专利申请 2042379 披露了一种用于高压放电灯的放电管的透光氧化铝烧结体及制造该烧结体的方法。其中掺杂了重量比 0.01% 至 0.1% 的  $MgO$ 、重量比 0.05% 至 0.5% 的  $Y_2O_3$  及重量比 0.05% 至 0.5% 的  $La_2O_3$ 。由于在高压放电灯工作时烧结体暴露于交变的热负荷中,因此要有足够的透明性和高的机械强度。

德国专利申请 3108677 披露了一种烧结体及一种制备方法。该烧结体基本上由掺杂有重量占 0.03% ~ 0.15% 的  $MgO$  及重量占 0.002% ~ 0.07% 的  $ZrO_2$  和/或重量占 0.003% ~ 0.12% 的  $HfO_2$  的氧化铝构成。 $MgO$  不仅控制晶粒的生长,而且能得到高的透明度并消除陶瓷的残余孔隙。另两种氧化物能阻止尖晶相 ( $Al_2O_3$  和  $MgO$  的混合晶体) 的沉淀,还能调节颗粒的生长。

这些烧结体有利地用在高压钠放电灯中（见欧洲专利申请 110248 和 110249）。

主要参考上述材料的内容。

本发明的一个目的是改善高压放电灯陶瓷烧结体的负荷能力及灯本身的负荷能力。负荷应理解成是指在灯工作时烧结体壁的负荷及在用作放电管的烧结体的壁处与此相关的温度。本发明的另一目的是提供一种制备这种烧结体的方法。

这些目的通过本发明达到。

具有陶瓷放电管的高压放电灯技术的开发目的在于提高发光效率和光通量以及改善演色性指数  $R_a$ 。为此一定要考虑更高的放电管壁温度。通常这是通过增大放电管的尺寸以避免陶瓷材料的热过载来进行的。但是，在这种情况下必须保持足够高的钠分压。这是通过诸如蓄热片之类的方法得到的（参见德国实用新型专利 8 907848）。

本发明采用一种完全不同的方法来改善陶瓷材料的特性，该陶瓷材料能够制备更小尺寸和更高壁温的放电管。许多公开材料涉及用于制造灯的陶瓷烧结体的掺杂，它们造成这样一种印象，即在这个领域不会再取得进展以及可以把掺杂物质和掺杂材料的量线性地联系在一起。

然而，令人惊奇的是，已经发现，当一起使用三种掺杂物质  $MgO$ 、 $ZrO_2$  和  $Y_2O_3$  时，会发生相互作用，这将赋予陶瓷材料多种性质，这些性质明显优于这三种掺杂物质简单相加所能预期的性质。已有技术所考虑的掺杂物质或者是  $MgO$  和  $ZrO_2$ ，或者是  $MgO$ 、 $Y_2O_3$  和  $La_2O_3$ ，且使用较大的量。令人惊奇的是，已经发现掺杂  $MgO$ 、 $La_2O_3$  和  $Y_2O_3$  会得到不尽人意的结果。所得到的陶瓷逊于只掺杂  $MgO$  的陶

瓷。

本发明同时采用三种物质  $\text{MgO}$ 、 $\text{ZrO}_2$  和  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、按较小的量 (重量比) 对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  进行掺杂:

——氧化镁 ( $\text{MgO}$ ), 量为 100 - 800ppm, 优选为 100 - 600ppm, 更具体地为 150 - 280 ppm;

——氧化锆 ( $\text{ZrO}_2$ ), 量为 200 - 1200ppm, 优选为 200 - 800ppm, 更具体地为 300 - 600ppm;

——氧化钇 ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), 量为 10 - 300ppm, 优选为 10 - 150ppm, 更具体地为 20 - 75ppm。

在一优选实施方案中, 相对比例  $\text{MgO}:\text{ZrO}_2:\text{Y}_2\text{O}_3$  应选择如下: 比例  $\text{MgO}:\text{ZrO}_2$  应有同样的数量级, 即它优选在 3:1 和 1:3 之间变化。与此相比,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  的比例要小得多, 即介于  $\text{ZrO}_2$  量的 3% 和 20% 之间。这一比例的选择特别重要。

如果在掺杂锆的同时进行钇的掺杂, 则钇的掺杂在避免钠或铝扩散到灯的外泡上而弄黑外泡壁方面起到决定性的作用。随着温度的升高,  $\text{ZrO}_2$  单斜晶体在 1200°C 时变为四方晶体, 在 2200°C 变为立方晶体, 且材料的密度也改变了。在较冷的状态, 例如在灯工作时, 一些  $\text{ZrO}_2$  晶粒保留于高温晶态。这是需要的, 由于其较高的密度, 它们在周围的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  基体中产生平衡压应力。

这些高温晶态通过加入当量匹配的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  来稳定。这样, 提高了稳定后陶瓷的强度。压应力能阻止在陶瓷中形成微裂纹并大大减少钠和铝通过陶瓷放电管向外泡的扩散。由于没有外泡的变黑, 因而在灯泡寿命内发光效率维持恒定。以一种氧化锆和氧化钇相结合的化

合物的形式向氧化铝粉末中加入这两种材料是较好的。特别是对于少量的氧化钇 (10 - 50ppm), 极希望使用部分稳定的氧化锆 (PSZ), 这是因为, 如果不这样, 则这些少量的氧化物在氧化铝基体中分散得太细而致使它们无法共同作用。这种 PSZ 材料本身是熟知的, 可参见诸如 J. Am. Ceram. Soc. 75, 1229 - 1238, 1992。但是, 此前, 还未想到当以极小量仅作为掺杂剂使用时它的稳定特性在氧化铝基体中也有效。对量大一些的氧化钇 (典型的为 100ppm 或更多), 可以与氧化锆分开加入部分甚至全部氧化钇, 这是因为这两种成分的结合容易实现和/或少量未结合的氧化钇是有益的。的确, 已经发现, 在陶瓷材料中这两种成分  $ZrO_2$  和  $Y_2O_3$  有进行结合的自然倾向。在高温影响 (在工作条件下已得到) 下它们能产生一特殊相, 该相在室温下象一种水滴状结构, 其中这两种成分的比例  $ZrO_2: Y_2O_3$  固定为约 3: 1 的比例。

掺杂 MgO 的下限量为 100ppm。如果 MgO 的比例更小, 则烧结体的颗粒生长会不成比例地增加, 使陶瓷的机械强度变差。如果 MgO 的量大于 600ppm, 则开始形成有利于钠向外泡扩散的第二相。这样, 可以接受的最高 MgO 量为 800ppm。因此, 优选采用较小量的 MgO, 特别是 150 - 280ppm 范围内的值。

加入  $ZrO_2$  提高了烧结体耐高温及耐填充物中侵蚀性成分、特别是钠的侵蚀的能力, 所说的侵蚀在灯的工作压力较高时尤其强烈。如果采用低于 200ppm 的  $ZrO_2$  量, 则效果尚不如人意。如果采用高于 800ppm 的  $ZrO_2$  量, 则不需要的副作用就变得明显了, 这一副作用即晶粒长大的加速, 当  $ZrO_2$  的量超过 1200ppm 时, 这一加速将使烧结体的机械强度和密度变差。通过同时使用约 100 - 500ppm 的 MgO



和约 300 - 600ppm 的  $ZrO_2$  能得到特别好的结果, 再加少量上述的  $Y_2O_3$ , 会产生一些其它的意想不到的效果。它可以减少  $MgO$  和  $ZrO_2$  的比例。

对于  $MgO$ , 它对限制第二相的形成特别有益。只有当灯已连续工作超过 2000 小时后这一效果才会较明显。对于  $ZrO_2$ , 它对陶瓷的机械性稳定有益。更重要的是, 透明性明显提高, 而且还提高了阻止各成分由填充物向外泡扩散的能力。

如果  $Y_2O_3$  的量小于 10ppm, 则不能获得明显的积极效果。加入高于 150ppm 的  $Y_2O_3$  开始按不需要且不均匀的方式加速晶粒的生长, 给光透过性带来不利影响。因此,  $Y_2O_3$  的量不能超过 300ppm, 添加  $Y_2O_3$  的一个特定特征是可以把添加量保持为明显低于它所代替的  $MgO$  和  $ZrO_2$  的量。

一组特别优选的掺杂材料比例为 150 - 280ppm 的  $MgO$ 、300 - 600ppm 的  $ZrO_2$  及 20 - 75ppm 的  $Y_2O_3$ 。

因为先有技术添加  $Y_2O_3$  的方法没有与同时添加  $ZrO_2$  特意联系起来, 因而最终已证明它对灯的制造是不利的。但是, 在这种已知的一般条件下, 它会引起透光性以及机械强度的不规则地波动。幸运的是所需要的掺杂材料的量很小; 这种波动不会起太大作用。

在灯的制造中, 已证明陶瓷材料对钠和铝的扩散的强抵抗作用是特别有益的。如今壁温可选择为比此前所用的  $1100^{\circ}C$  至  $1200^{\circ}C$  高大约 15% 从而最高达到  $1350^{\circ}C$ 。

放电管的壁负荷可选择为比先有技术高最高达 60%, 典型值为  $25W/cm^2$ 。

典型的放电管为筒形结构。更具体地说, 为圆柱形或外凸的圆柱形管, 它也可弯曲(曲面) 或折角(如 U 形)。相应地这种管的内径可减小 10 - 15%, 节省陶瓷材料和填充材料, 且可减小灯的尺寸。

下面将通过几个实施方案对本发明进行更详细的说明, 其中:

图 1 表示本发明的高压钠放电灯。

图 2 表示具有陶瓷放电管的高压钠放电灯的发光效率(图 2a)、光通量(图 2b)和工作电压(图 2c)运行情况的对比。

图 3 表示作为工作电压的函数、在运行 100 小时后额定功率 400W 的高压钠放电灯的演色性指数(图 3a)和发光效率(图 3b)的对比。

图 4 表示额定功率 70W 的高压钠放电灯的发光效率和光通量的运行情况的对比。

图 1 示意性地表示了一个典型的高压钠放电灯, 额定功率为约 35W 至 1000W。它有一个硬玻璃的外层泡壳, 该泡壳可如图示那样为圆柱形或为椭球形, 上有螺丝灯座 2。两根供电线 4、5 熔封于芯柱 3 中, 沿轴向支撑着在外层泡壳中心的筒形圆柱陶瓷放电管 6。供电线中较短的一根 4 把放电管临近灯座的一端 7 处的第一电极(在图中看不到)与灯座一个接点连接起来。供电线中较长的一根 5 沿放电管 6 接到放电管 6 远离灯座的一端 8 并把远离的这一端 8 处的第二电极连接到第二个灯座接点。放电管 6 由掺杂 100 - 600ppm  $MgO$ 、200 - 800ppm  $ZrO_2$  及 10 - 150ppm  $Y_2O_3$  的多晶氧化铝陶瓷组成。放电管的两端 7、8 通过诸如主要由氧化铝制成的陶瓷塞 9 密封起来, 气密的铌连通件 10 通过该陶瓷塞伸进放电管内, 达到电极。填充物包括不活泼的基本气体(例如氙气或者是氙气和氖气的混合气)和

钠, 钠通常以钠汞合金的形式引入, 但它也可以其它形式存在于放电管中。在参考的公开材料中对灯进行了更详细的说明(再参见重点参考的美国专利 5, 192, 239)。

图 2 示出了几种具有陶瓷放电管的、额定功率为 250 瓦的高压钠放电灯的特性, 其中氧化铝陶瓷已掺杂了:

- a) 500ppm 的  $\text{MgO}$  和 300ppm 的  $\text{ZrO}_2$
- b) 500ppm 的  $\text{MgO}$  和 500ppm 的  $\text{ZrO}_2$
- c) 500ppm 的  $\text{MgO}$  和 1000ppm 的  $\text{ZrO}_2$
- d) 500ppm 的  $\text{MgO}$  和 400ppm 的  $\text{ZrO}_2$  和 50ppm 的  $\text{Y}_2\text{O}_3$

该放电管内径 4.8mm (先有技术为 6.7mm)、壁厚 0.7mm (先有技术为 0.75mm)、总长 86mm (先有技术为 94mm)。已经发现, 添加 50ppm 的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (材料 d) 对工作电压 (图 2c) 随工作时间 (显示到 9000 小时) 的变化有很积极的影响。在 9000 小时点工作电压常数值比未掺杂  $\text{Y}_2\text{O}_3$  的陶瓷的工作电压值高大约 10%。发光效率 (图 2a) 显示了类似的积极影响。9000 小时后, 掺杂材料 d) - 即有 50ppm 的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  - 的陶瓷的发光效率相对于 15 小时点仅下降大约 9%。只掺杂  $\text{MgO}$  和  $\text{ZrO}_2$  而没有  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (材料 a) 或 b)) 的陶瓷发光效率降低大约 15%。这也类似地适用于光通量的降低 (图 2b)。材料 d) 的这一优点能保持到工作时间超过 12000 小时。在 12000 小时后材料 d) 的图 2 所讨论的三个特性均优于 9000 小时后另三种材料 a) - c) 的特性。

图 3 示出额定功率 400W 的灯的数据。为改进光色 (豪华), 它包括 200 毫巴的氙气和钠的重量比占 24.5% 的 30mg 钠汞合金的填充物。先有技术的这种类型的灯要求有蓄热元件以确保具有下列尺寸

的圆柱形放电管内有足够的蒸汽压: 内径 10.9mm、壁厚 0.75mm、长 102.0mm。放电管由掺杂有 750ppm 的  $\text{MgO}$  的多晶氧化铝组成。工作电压为 105V, 光通量为 38.5Klm, 演色性指数为 57。

本发明的灯使用掺杂有 400ppm  $\text{ZrO}_2$ 、200ppm  $\text{MgO}$  和 20ppm  $\text{Y}_2\text{O}_3$  的放电管。该圆柱形放电管不再需要蓄热元件, 其尺寸如下: 内径 8.0 mm、壁厚 0.75mm、长 80.0mm。这使得光通量提高到 40.0Klm, 演色性指数提高到 60。

图 3 表示了演色性指数 (图 3a) 和发光效率 (图 3b) 随工作电压微小变化而变化在理论值 105V 附近的 100 小时时的值。十字测点对应于标准型, 圆圈测点对应于含钇小尺寸的改进型。对于发光效率, 也给出了含钇而没有减小放电管尺寸的改进型的值 (X 形测点)。演色性指数增加了大约 10% (在工作电压为 100V 时, 增量为 7%, 从 54 到 58; 在 105V 工作电压下, 增量为 12%, 从 57 到 64)。对 105V 的工作电压, 可得到 105 lm/W 的发光效率, 比发光效率约 97 lm/W 的标准型提高了 8%。

图 4 表示了填充压强为 30 毫巴的氙气和 30 毫克钠汞合金 (钠的重量比占 18.4%) 的 70W 灯的测量值。具有已进行已知掺杂 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  掺杂 750ppm 的  $\text{MgO}$ ) 的陶瓷放电管的灯在其寿命期间发光效率 (流明/瓦) 和光通量 (千流明) 明显降低 (线 1)。在大约 9000 小时后, 发光效率和光通量降到大约为其初值的三分之二。当使用含钇陶瓷 (400ppm  $\text{ZrO}_2$ 、200ppm  $\text{MgO}$  和 20ppm  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) 时 (线 2), 这两个被测特性的初值基本上维持不变。为便于比较, 所有测量是用内径 3.3mm 的陶瓷管进行的。然而, 先有技术的内径为 3.7mm, 即现在管壁负荷高了 26%。

本发明的烧结体的制造可用主要在参考材料中说明的几种方法中的某一种进行。起始材料为大致均匀的氧化铝分散体,向其中混入了 100 - 800ppm 的  $\text{MgO}$  (或其等当量的前体,例如硝酸镁)、200 - 1200ppm 的  $\text{ZrO}_2$  (或其等当量的前体) 和 10 - 300ppm 的  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (或其等当量的前体)。优选以 PSZ 材料形式加入氧化钇和氧化锆。氧化铝应大体上以  $\alpha$  相存在。然后,该分散体成形为绿色体,它先被预烧一下,最后在高于  $1700^\circ\text{C}$  的温度下在氢气或优选在真空中烧结。

在烧结体的制造过程中,处理材料及灯工作所需的高温会使最初加入的  $\text{MgO}$  的量稍微减小。这一减小量最高多达 10%。例如,在一特殊情况下,在  $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末中最初 500ppm 的  $\text{MgO}$  的掺杂量在成品灯的放电管中的量最后为 455ppm。但是,在有些情况下,掺杂材料的量可能保持不变。

塞子可由与放电管同样的材料或类似的材料制成。

另一实施方案为具有陶瓷放电管的金属卤化物灯,所说的放电管由如上所述掺杂有  $\text{MgO}$ 、 $\text{ZrO}_2$  和  $\text{Y}_2\text{O}_3$  的氧化铝制成。填充物包括作为基础气体的氩气和作为可蒸发气体的汞,还包括少量的金属卤化物,特别是包括钠的卤化物,优选碘化钠。

# 说明书附图

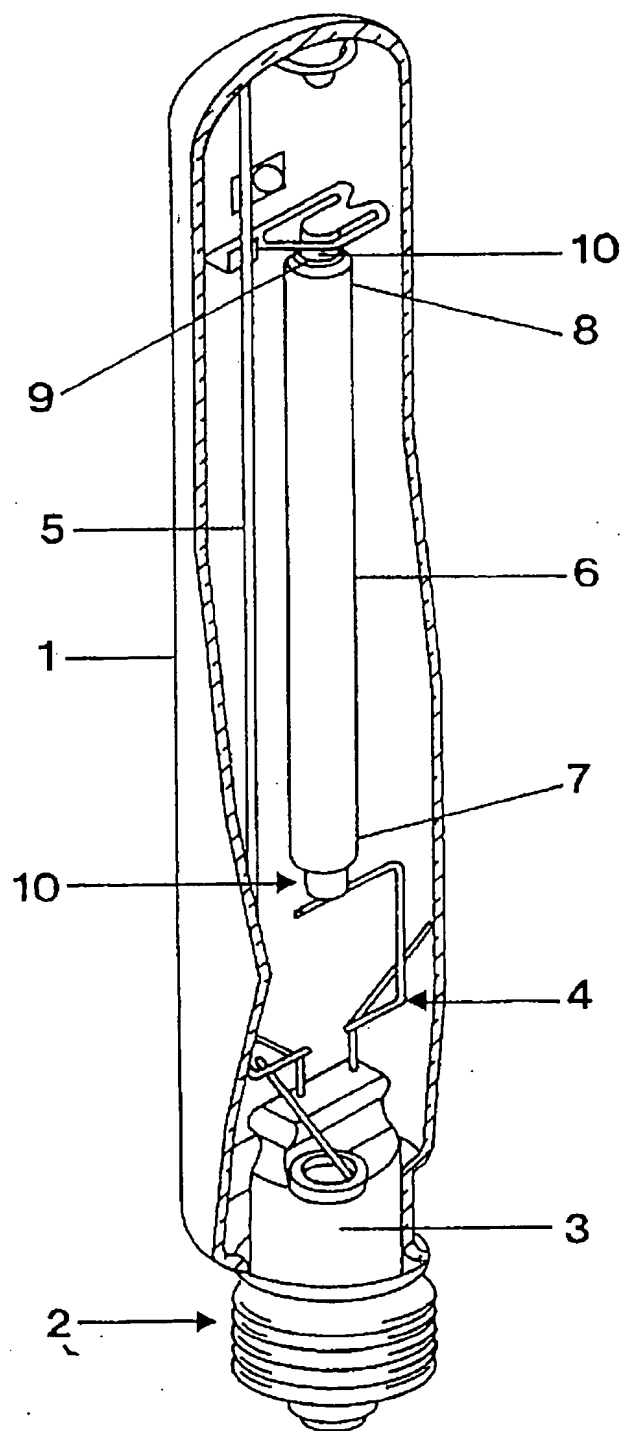


图 1

图 2a

